

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
СУМСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
Факультет електроніки та інформаційних технологій

Кафедра електроніки, загальної та прикладної фізики

Кваліфікаційна робота бакалавра  
**СЕНСОРНА СИСТЕМА ДЛЯ ВИМІРЮВАННЯ ТОВЩИНИ ПЛІВКОВИХ  
МАТЕРІАЛІВ: КОНСТРУКЦІЯ, ПРИНЦИП ФУНКЦІОНУВАННЯ,  
МЕТОДИКА ГРАДУЮВАННЯ**

Студент групи ЕП-61

І.О. Бердник

Науковий керівник  
асистент

А.О. Степаненко

Завідувач кафедри ЕЗПФ  
д-р фіз.-мат. наук, професор

І.Ю. Проценко

Суми – 2020

## РЕФЕРАТ

Мета кваліфікаційної роботи бакалавра полягає в огляді методів вимірювання товщини тонких плівок та принципу роботи і конструкції сенсорних систем.

Під час виконання роботи використовували аналіз сучасних літературних джерел та інтернет ресурсів, присвячених новим методам та технологіям вимірювання товщини тонких плівок.

У результаті проведеного літературного аналізу визначено основні методи вимірювання товщини тонких плівок, їх переваги та недоліки та області застосування. Ця інформація наводиться в першому розділі. Другий розділ присвячений огляду сучасних сенсорних систем вимірювання товщини тонких плівок. В третьому розділі детально розглянуто мету градуювання сенсорних систем на основі методу кварцового резонатора та розглянута методика градуювання.

Робота викладена на 29 сторінках, зокрема, містить 9 рисунків і список використаних джерел із 17 найменувань.

**КЛЮЧОВІ СЛОВА:** СЕНСОРИ, КВАРЦОВИЙ РЕЗОНАТОР, ІНТЕРФЕРОМЕТР, СЕНСОРНА СИСТЕМА, ЛАЗЕРНИЙ РЕФЛЕКТОМЕТР, ТОНКА ПЛІВКА, ГРАДУЮВАННЯ.

## Зміст

	С.
<b>ВСТУП.....</b>	<b>4</b>
<b>РОЗДІЛ 1. МЕТОДИ ВИМІРЮВАННЯ ТОВЩИНИ</b>	
<b>ТОНКИХ ПЛІВОК.....</b>	<b>5</b>
1.1 Метод мікрозважування.....	5
1.2 Інтерферометричні методи вимірювання товщини.....	9
1.3 Лазерний рефлектометричний метод вимірювання товщини і оптичних характеристик тонких плівок.....	11
1.4 Використання методу еліпсометрії.....	17
<b>РОЗІЛ 2. СУЧАСНІ СЕНСОРНІ СИСТЕМИ ДЛЯ</b>	
<b>ВИМІРЮВАННЯ ТОВЩИНИ ПЛІВКОВИХ МАТЕРІАЛІВ.....</b>	<b>19</b>
<b>РОЗДІЛ 3. ГРАДУЮВАННЯ СЕНСОРА ТОВЩИНИ НА</b>	
<b>ОСНОВІ КВАРЦОВОГО РЕЗОНАТОРА.....</b>	<b>23</b>
<b>ВИСНОВКИ.....</b>	<b>27</b>
<b>СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ.....</b>	<b>28</b>

## ВСТУП

Незважаючи на те, що питанню визначення товщини приділяли значну увагу на всіх етапах розвитку технології тонких плівок, воно залишається серйозною методичною проблемою. На даний момент відомо ряд прямих та непрямих методів, які дають різну точність вимірювання. Товщину плівок вимірюють такими найпоширенішими методами, як мікрозважування й багатопроменева інтерферометрія.

Метод мікрозважування складається у визначенні збільшення маси  $\Delta m$  підкладки після нанесення на неї плівки. Цей метод нескладний, але вимагає, щоб форма підкладки була простою, а її поверхня – у гарному стані. Крім того, на точність вимірів впливає питома вага нанесеного матеріалу, що може змінюватися залежно від умов технологічних режимів. При вимірюванні товщини плівки зважуванням вважають, що густина нанесеної речовини дорівнює густини масивної. Чутливість методу зважування становить  $1 - 10 \text{ мкм/м}^2$  і залежить від чутливості вагів і площі плівки на підкладці [1]. Одним з варіантів цього методу є використання в якості вагів кварцового резонатора. Методика базується на вимірюванні зміни частоти кварцу при осадженні на нього тонкої плівки. Пристрій для вимірювання товщини складається із кварцового генератора, вимірника частоти, аналізатора температури кварцового кристала генератора. Метод багатопроменевої інтерферометрії, що застосовується для виміру товщини непрозорих плівок, заснований на спостереженні в мікроскоп інтерференційних смуг, які виникають при розгляді в монохроматичному світлі двох поверхонь, розташованих під кутом. Вказані методи можуть бути використані при побудові сучасних сенсорних систем визначення товщини тонких плівок, які, в свою чергу, застосовують при автоматизації процесу осадження.

Метою роботи є огляд конструкції та принципу роботи сенсорних систем вимірювання товщини тонких плівок.

## РОЗДІЛ 1. МЕТОДИ ВИМІРЮВАННЯ ТОВЩИНИ ТОНКИХ ПЛІВОК

Одержання тонких плівок із заданими параметрами визначає необхідність контролю товщини при їх осадженні. Особливо важливим це питання стає при одержанні багатошарових плівкових систем. Особливості контролю параметрів тонкоплівкових елементів визначаються малою (від одиниць до сотень нанометрів) товщиною. Параметри плівок можна контролювати безпосередньо в процесі осадження в вакуумних установках, або після нанесення. Найбільш важливим є контроль саме в процесі осадження, оскільки це дозволяє регулювати режими процесу росту плівки і дозволяє усунути операції підгонки параметрів після осадження. Розглянемо основні методи вимірювання товщини тонких плівок.

### 1.1. Метод мікрозважування

Метод мікрозважування полягає у визначенні збільшення маси підкладки після нанесення на неї плівки. При цьому середню товщину плівки  $d$  визначається формулою:

$$d = \Delta m / (S\rho) \quad (1)$$

де  $S$  – площа плівки на підкладці;

$\rho$  – густина плівки.

При вимірюванні товщини плівки зважуванням вважають, що густина нанесеної речовини дорівнює густині масивної. Під ефективною товщиною плівки розуміють товщину, що вона мала б, якби утворююча її речовина була рівномірно розподілена по поверхні із щільністю, рівною щільності масивної речовини.

Розглянемо більш детально, як визначається маса плівки в методі мікрозважування. Оскільки робочим елементом пристрою є крутильні мікротерези, які дозволяють визначити вагу моноатомної плівки. Плівка

осаджується на слюдяну фольгу, яка підвішується вертикально на нитці. У результаті осадження плівки приводиться в рух невелике дзеркальце, зв'язане з коромислом терезів, на яке падає промінь світла. Як правило, в мікротерезах передбачена компенсація зміщення коромисла за допомогою електромагніту. У цьому випадку можуть використовуватися як прилад з нульовим відліком [2].

Метод кварцового резонатора є варіантом вагового метода. Кварцовий резонатор - п'єзоелектричний резонатор, основною складовою частиною якого є кристалічний елемент з кварцу. Замість кварца часто використовують і інші п'єзоелектрики, наприклад, кераміку.

На пластинку (або кільце, або брусок), вирізану з кристалу кварцу належним чином, наносять 2 і більше електродів провідних смужок. Пластинка закріплена і має власну резонансну частоту механічних коливань. При подачі напруги на електроди завдяки п'єзоелектричному ефекту виникає згин, стискання або зсув в залежності від того, яким чином вирізали пластину (або кільце, або брусок).

Пластинка, яка коливається, утворює в зовнішньому коліп роти-ЕРС, що можна розглядати як явище, еквівалентне роботі котушки індуктивності в коливальному контурі. Якщо частота напруги, що подається, близька до частоти власних механічних коливань пластинки, затрати енергії на підтримку коливань пластинки будуть набагато нижчі, ніж за великої різниці частот. Це теж відповідає поведінці коливального контура.

Одним з найпоширеніших видів резонаторів є годинникові: їх резонансна частота складає 32768 Гц і, поділена на 15-розрядному двійковому лічильнику, дає інтервал часу в 1 секунду. Застосовуються в генераторах з фіксованою частотою, де необхідна висока стабільність частоти.

Також використовуються в кварцових смугових фільтрах проміжної частоти супергетеродинних приймачів. Такі фільтри можуть виконуватись по драбинчастій або диференційній схемі і мають дуже високі добротність і стабільність порівняно з LC-фільтрами.

За типом корпусу кварцові резонатори можуть бути вивідними для об'ємного монтажу (стандартні і циліндричні) і для поверхневого монтажу (SMD).

Якість схеми, до якої входять кварцові резонатори, визначають такі параметри, як розкид частоти основного резонансу (відхилення частоти), стабільність частоти, навантажувальна ємність, старіння.

Найпоширеніший є контроль швидкості нанесення плівок методом кварцового датчика, що іноді називають резонансно-частотним. В якості датчика при цьому методі використовують включений у контур генератора частоти кварцовий елемент.

Принцип дії кварцового датчика заснований на залежності частоти сигналів, що генеруються від зміни маси кварцового елемента при нанесенні на його поверхню плівки. Зі збільшенням маси кварцового елемента його резонансна частота падає. Для лінійної ділянки залежності частоти від маси нанесеної плівки справедливо наступне співвідношення:

$$\Delta f / f_0 = \Delta m / m_0 \quad (2)$$

де  $m_0$  і  $f_0$  — маса й резонансна частота кварцового елемента до нанесення плівки;  $\Delta m$  і  $\Delta f$  — зміна маси кварцового елемента й резонансної частоти після нанесення плівки.

Таким чином, по зміні резонансної частоти, що фіксується вимірювальним приладом, визначають товщину плівки.

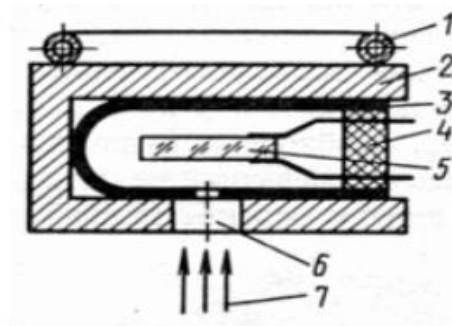


Рисунок 1.1 –Кварцовий датчик: 1 – мідна трубка, 2 – тримач, 3 – кожух, 4 – керамічний ізолятор, 5 – кварцовий елемент, 6 – отвір, 7 – потік матеріалу, що осаджується [1]

Основною частиною кварцового датчика (рис. 1.1) є кварцовий елемент 5 круглої або квадратної форми, на обидві поверхні якого для подачі напруги наносять тонкі шари золота або срібла. Кварцовий елемент кріпиться на ізоляторі 4 і закривається кожухом 3, що вставляється в масивний мідний тримач 2, охолоджуваний по трубці 1 проточною водою. У кожусі й тримачі є наскрізний отвір 6 для пропущення потоку часток матеріалу, що наносять, до кварцового елемента.

Необхідність ефективного охолодження тримача пояснюється тим, що кристали кварцу дуже чутливі до змін температури. При нанесенні плівок джерела випромінюють значну кількість теплоти, що викликає підвищення температури кварцового елемента. Нестабільність температури кварцового елемента є основною причиною неконтрольованої зміни частоти. Для виключення погрешностей вимірів через нестабільність температури датчика тримач охолоджують.

Цим методом можна також з урахуванням геометричних розмірів кварцового елемента й маси нанесеної плівки виміряти її товщину, використовуючи наступну формулу:

$$d = \frac{N_q \cdot \rho_q}{\rho_f \cdot f^2} (f_a - f), \quad (3)$$

де  $N_q$  – частотна стала для зрізу кристалу кварцу ( $N_q = 1,668 \cdot 10^3$  Гц м);  $\rho_q$  – густина кварцу ( $\rho_q = 2,65 \cdot 10^3$  кг/м<sup>3</sup>);  $f_a$  – резонансна частота кристалу без покриття;  $f$  – резонансна частота після напilenня;  $d$  – товщина плівки;  $\rho_f$  – густина плівки.

Точність виміру товщини тонких металевих і діелектричних плівок в інтервалі від 10 нм до 5 мкм становить  $\pm 10\%$ . Прилади, що випускаються серійно, дозволяють задавати необхідну товщину плівки, після нанесення якої подається сигнал, що зупиняє процес. Для виконання точних вимірів прилади градуують окремо для кожного матеріалу. Максимально припустима сумарна товщина плівки, що наноситься на кварцовий датчик, визначається максимальним зсувом частоти й приблизно становить 20 мкм алюмінію.



Максимальне значення вимірюваної товщини можна збільшити, перекриваючи періодично кварцовий елемент екраном. Істотним недоліком методу є те, що крім градування по матеріалу, що осаджується, необхідне також періодичне чищення кварцових елементів від осадженої плівки.

## 1.2 Інтерферометричні методи вимірювання товщини

Смуги інтерференції використовуються для вимірювання товщини плівок вже протягом майже 80 років. Однак тільки в останні десятиліття цей метод набув широкого поширення [3], можна отримати два типи інтерференційних смуг: смуги рівної товщини і смуги одного хроматичного порядку. У першому випадку використовується монохроматичне світло, а інтерференція має місце в різкообмеженому повітряному зазорі між добре відбиваємою поверхнею зразка і напівпрозорим дзеркалом. Смуги одного хроматичного порядку спостерігаються при використанні білого світла, коли промінь, відбитий з області інтерференції, надходить на щілину спектрометра. Так як опис цього методу зустрічається в літературі досить часто, тут будуть зроблені лише деякі зауваження.

Якщо вимірювана поверхня відбиває не дуже добре, її слід покривати відбиваючою плівкою. Для цієї мети часто використовуються срібло і алюміній, але можна наносити і багат шарову діелектричну плівку, відображення якої залежить від числа шарів і може бути вище відображення металеві плівки. Перевагою діелектричної плівки можна вважати практичну відсутність поглинання, яке зменшує контрастність смуг. Більше того, оскільки товщина розраховується діленням відстані між сусідніми смугами на  $\lambda / 2$ , збільшується при зменшенні довжин хвиль. На жаль, металевих плівок з високим відображенням, наприклад, на довжині хвилі  $\lambda = 4000 \text{ \AA}$  не існує, тоді як багат шарову діелектричну плівку отримати можна, що дає більш високу роздільну здатність. Однак плівки  $\text{ZnS}$  і кріоліту, використовувані в

багатошарових покриттях, не точно сліднують перепадам товщини плівки при товщині, яка перевищує 3000 і 2000 А. Тим часом срібні покриття точно відтворюють скачки товщини аж до товщини покриттів 6000 А. Всі три матеріали добре покривають поверхню плівки на відстані 0,7 мм від сходинки.

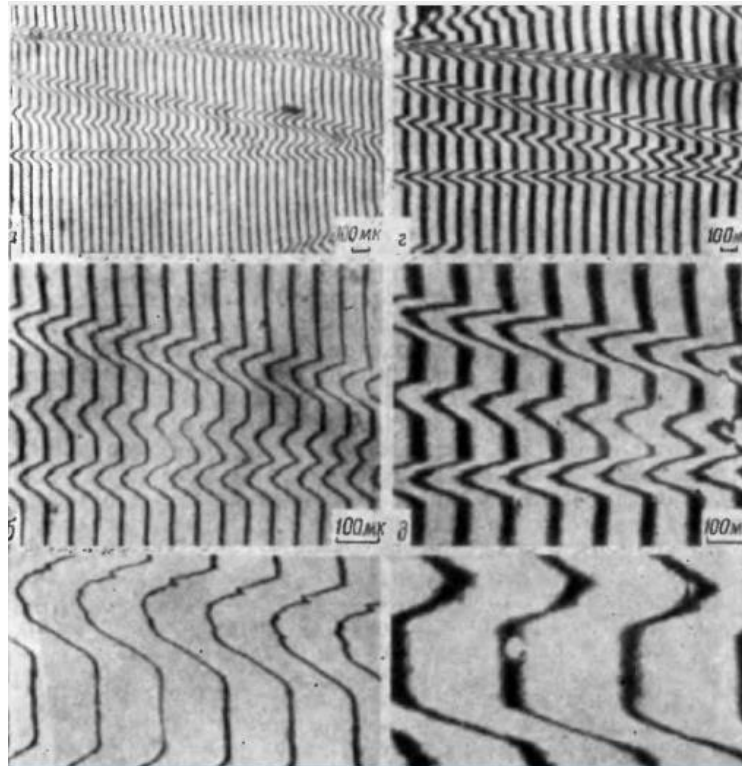


Рисунок 1.2 - Заглиблення на поверхні загартованої сталі: зліва – зображення, отримані методом двопроменевої інтерференції, справа – картинки багатопроменевої інтерференції [3]

Перед вимірюванням одержують на зразку так звану сходинку — різку бічну границу плівки на підкладці. Для цього маскують частину підкладки при осадженні плівки або хімічно видаляють частину нанесеної плівки. У мікроскоп спостерігають зсув інтерференційних смуг (рис. 1.3). Переміжні світлі й темні інтерференційні смуги із кроком  $L$  на поверхні як плівки, так і підкладки зміщаються відносно один одного біля їх границі на одиницю.

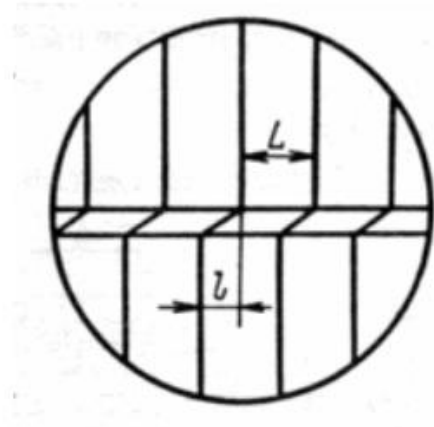


Рисунок 1.3 - Зсув інтерференційних смуг[1]

Вимірюючи за допомогою мікроінтерференційного мікроскопа зсув якоїнебудь певної смуги, розраховують товщину плівки за формулою[4]

$$d_n = \frac{1}{2} \lambda_c (l / L), \quad (4)$$

де  $\lambda_c$  — довжина хвилі монохроматичного світла, дорівнює 0,54 мкм;

$L$  — крок між сусідніми інтерференційними смугами;

$l$  — зсув інтерференційної смуги.

Точність цього методу вимірювання товщини плівки становить 15–30 нм.

### **1.3 Лазерний рефлектометричний метод вимірювання товщини і оптичних характеристик тонких плівок**

В даний час існує безліч методів для вимірювання товщини тонких плівок на підкладках: інтерференційні методи, методи еліпсометрії, рентгенівської дифрактометрії, фур'є-спектроскопії та ін. Розроблена на їх основі аналітична апаратура дозволяє вимірювати товщину плівок від одиниць нанометрів до сотень нанометрів. Основні недоліки існуючих приладів - складність (а отже, велика вартість) і труднощі створення вбудованої технологічної аналітичної апаратури.

Лазерний рефлектометричний метод вимірювання товщини тонких прозорих плівок на підкладці простіший (в порівнянні з перерахованими методами) і використовує тільки інформацію про коефіцієнт відображення тришарової системи "повітря (вакуум) – плівка-підкладка". В описуваному методі використовується перпендикулярне падіння лазерного променя на підкладку з плівкою, що в більшості випадків спрощує застосування даного методу у технологічне обладнання аналітичної апаратури. Вимірювання проводяться тільки на одній довжині хвилі зондування.

Істотним є використання в цій роботі не результатів серії вимірювань (за великий проміжок часу) при змінній товщині (зростанні) плівки для визначення її оптичних характеристик і швидкості росту, а результатів декількох вимірювань, близьких за часом (за короткий проміжок часу).

Така особливість методу дозволяє контролювати характеристики плівок без інформації про передісторію зростання плівки.

Вважаємо, що випромінювання з довжиною хвилі  $\lambda$  падає з повітря (вакууму) вертикально вниз на систему "плівка-підкладка" з плоскопаралельними межами (рис .1.4).

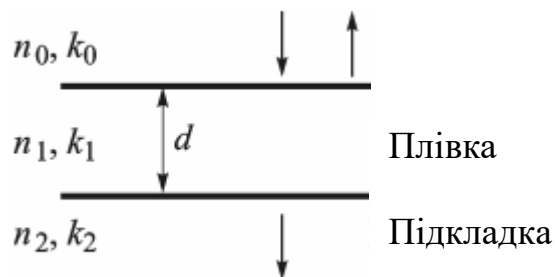


Рисунок 1.4 - Схема вимірювання товщини [5]

Підкладка має велику товщину, так що відображенням від нижньої її поверхні можна знехтувати.

Покладемо показник заломлення повітря рівним одиниці,  $n_0 = 1$ , а показник поглинання - рівним нулю,  $k_0 = 0$ . Тоді коефіцієнт відображення

системи "повітря (вакуум) -плівка-підкладка"  $V(\lambda)$  в залежно від довжини хвилі  $\lambda$  дорівнює

$$V(\lambda) = \frac{(m_1 + m_2)(1 - m_1) + (m_1 - m_2)(1 + m_1) \cdot e^{i \cdot 4\pi \frac{d}{\lambda} m_1}}{(m_1 + m_2)(1 + m_1) + (m_1 - m_2)(1 - m_1) e^{i \cdot 4\pi \frac{d}{\lambda} m_1}}, \quad (5)$$

де  $m_1 = n_1 + ik_1$ ;  $m_2 = n_2 + ik_2$ ;  $n_1$ ,  $k_1$  і  $n_2$ ,  $k_2$  - показники заломлення і поглинання плівки і підкладки на довжині хвилі  $\lambda$ . Відбите випромінювання реєструється приймачем вимірювача. Реєстрована потужність  $P_{ref}(\lambda)$  на довжині хвилі  $\lambda$  дорівнює (приймальний об'єктив перехоплює все відбите випромінювання)

$$P_{ref}(\lambda) = K(\lambda) P_0(\lambda) R, \quad (6)$$

де  $R = |V(\lambda)|^2$ ;  $P_0(\lambda)$  - потужність джерела випромінювання на довжині хвилі  $\lambda$ ;  $K(\lambda)$  - пропускання приймальні оптичної системи на довжині хвилі  $\lambda$ .

Звідси коефіцієнт відображення  $R$  на довжині хвилі  $\lambda$  може бути визначений як

$$R = \frac{P_{ref}(\lambda)}{K(\lambda) P_0(\lambda)}. \quad (7)$$

Потужність джерела випромінювання може бути виміряна з використанням додаткового вимірювального каналу, а пропускання оптичної приймальної системи можна оцінити за допомогою додаткових калібрувальних вимірювань, наприклад, від чистої (без плівки) поверхні підкладки. Вважаємо, що оптичні характеристики підкладки  $n_2$ ,  $k_2$  відомі. Оптичні характеристики плівки  $n_1$ ,  $k_1$  в загальному випадку можуть бути невідомими або відомими неточно і їх треба визначати. Невідомою є і товщина плівки  $d$ , яка в довільний момент часу  $t_0$  і в короткому проміжку часу, наступного за  $t_0$  (В цьому проміжку часу проводиться кілька близьких за часом вимірів коефіцієнта відбиття  $R$ ), може бути представлена у вигляді деякої моделі, наприклад

$$d = d_0 + (t - t_0)d_1 \quad (8)$$



нашому випадку полягає в тому, що для вектора параметрів (в деякій обмеженій області, задовольняє фізичним змістом завдання) вирішується пряме завдання (обчислюється оператор  $R_{mod}$ ) і шукається вектор параметрів, що мінімізує нев'язку між  $R_{mod}$  і  $R_{meas}$ . Цей вектор параметрів називається квазірішення системи рівнянь

$$\rho \left( R_{mod} \left( t_i, \tilde{X} \right), R_{meas} \left( t_i \right) \right) = \inf_{X \in M} \rho \left( R_{mod} \left( t_i, X \right), R_{meas} \left( t_i \right) \right), \quad (12)$$

Таким чином, завдання підбору квазірішення системи рівнянь може бути зведена до пошуку мінімуму функції  $E$  на деякій обмеженій області значень параметрів, яка визначається фізичним змістом розв'язуваної задачі.

Вид функції нев'язки  $E$  для  $\lambda = 0,532$  мкм,  $n_2 = 1,52$ ,  $k_2 = 0$  (підкладка зі скла) показаний на рис. 1.5а при  $d_0 = 0,1$  мкм,  $d_1 = 0,01$  мкм / с, а на рис. 1.5б - для  $k_1 = 0,1$  при  $d_1 = 0,01$  мкм / с.

Генетичні алгоритми – це пошукові алгоритми, що дозволяють з високою ефективністю вирішувати складні оптимізаційні задачі. При побудові даних алгоритмів для організації процедур пошуку оптимальних рішень використовується імітація механізмів спадковості, розмноження і природного відбору, яким підкоряється еволюційний розвиток живих організмів на Землі, а також застосовуються методи, аналогічні використуванню в селекції та генної інженерії.

Для пошуку екстремумів функцій багатьох змінних використовують методи паралельного пошуку глобального екстремуму функцій, засновані на використанні на кожному кроці своєї роботи відразу декількох закодованих певним чином точок (кандидатів на рішення), які утворюють популяцію, що розвивається за випадковим законам протягом багатьох поколінь.

На рис. 1.6 видно, що при похибці вимірювання коефіцієнтів відображення в 1%, описаний метод дозволяє визначати товщину, швидкість росту і показник заломлення плівки з похибкою порядку 1% і менше в широкому діапазоні значень параметрів.

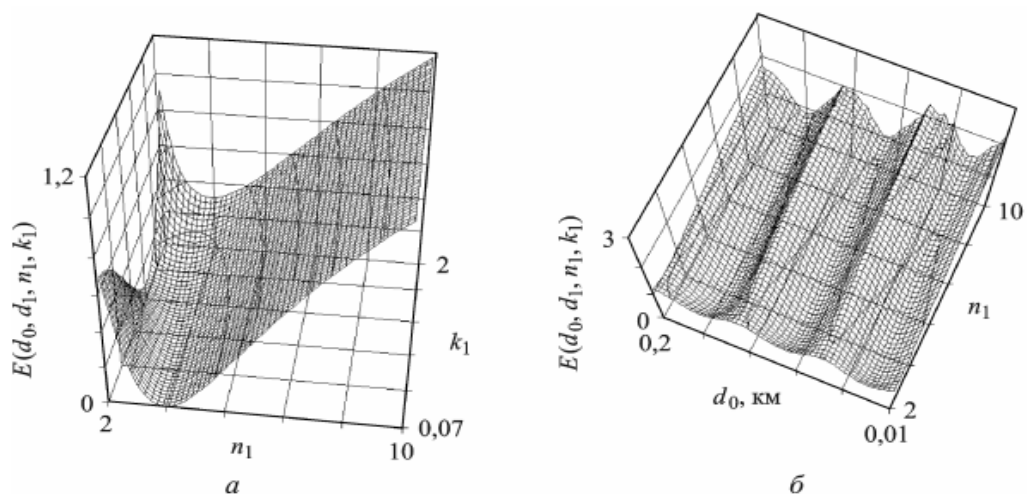


Рисунок 1.5 - Функція нев'язки в координатах  $n_1, k_1$  (а) і  $d_0, n_1$  (б) [5]

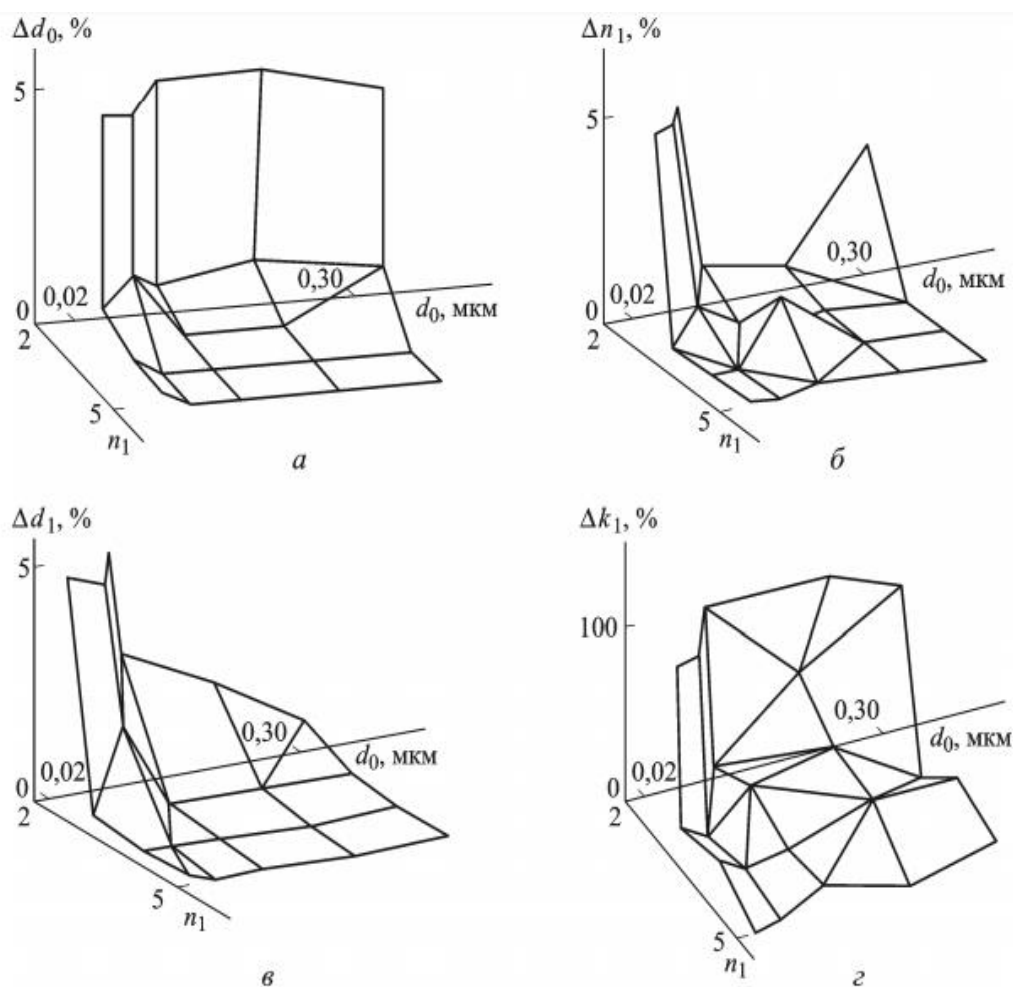


Рисунок 1.6- Відносні похибки (у відсотках) визначення товщини плівки  $\Delta d_0$  (а), показника заломлення плівки  $\Delta n_1$  (б), швидкості росту плівки  $\Delta d_1$  (в) і показника поглинання плівки  $\Delta k_1$  (г) [5]



## 1.4 Використання методу еліпсометрії

Тонкі плівки з магнітними шарами є важливим класом наноструктурованих матеріалів для застосувань в наноелектроніці і спінтроніці. Значний інтерес до таких систем пов'язаний також з можливістю посилення і модифікації магнітооптичних ефектів, наприклад, за рахунок збудження довгоживучих мод поверхневих плазмонних поляритонів, або за рахунок просторової дифузії спінів з феромагнітних шарів.

Технологічні методи виробництва тонких плівок дозволяють контролювати товщини шарів з точністю до нанометра. Однак властивості тонких плівок можуть істотно відрізнятися від масивних матеріалів. Це пов'язано зі структурними параметрами, такими як розмір кристалітів, а також з якістю інтерфейсів, проміжних шарів і дифузії. Структура багат шарових плівок ускладнюється також необхідністю використовувати додаткові шари (такі як Cr) для захисту функціональних шарів, наприклад від корозії, що впливає на магнітні властивості. Еліпсометричні методи [6, 7] є перспективними для здійснення такого контролю, оскільки вони дозволяють проводити вимірювання оптичних параметрів окремих наночарів (і зростаючого шару) з високою точністю і селективність вже в процесі виробництва. Метод визначення оптичних і геометричних параметрів заснований на мінімізації функціоналу, утвореної шляхом порівняння експериментальних даних і модельних розрахунків. В разі магнітних плівок має сенс об'єднання двох підходів: традиційної еліпсометрії і магнітооптики (МО). При цьому для модельних розрахунків може бути використаний загальний підхід в рамках уявлень матричної оптики.

У роботі [6] методи магніто-еліпсометрії використовуються для дослідження оптичних параметрів і процесів намагнічування дво- і тришарових плівок типу Cr/NiFe, Al/NiFe, Ge/NiFe, Cr(Al)/Ge/NiFe на ситаловій підкладці для різної товщини шарів Cr і Al. Оптична модель двошарової плівки добре

описує експериментальні спектри, тоді як для тришарових систем спостерігаються розбіжності, що може бути пов'язано з впливом інтерфейсів і необхідністю враховувати процеси дифузії. Таким чином, продемонстрована можливість одночасного визначення товщини окремих нан шарів і їх комплексних показників заломлення. Цікаво відзначити, що криві намагнічування тришарових плівок зазнають суттєвих змін в залежності від товщини верхнього немагнітного шару.

За допомогою методів еліпсометрії були досліджені оптичні та структурні параметри багат шарових плівок типу Al/NiFe, Cr/NiFe, Ge/NiFe, Al(Cr)/Ge/NiFe на сітало вій підкладці. Для двошарових систем без внутрішнього шару Ge вдається отримати гарну згоду експериментальних і модельних даних. Тришарова оптична модель типу Al/Ge/NiFe/ситал не відповідає еліпсометричним спектрам, що свідчить про більш складну структуру з можливими проміжними шарами. Вимірювання кривих намагнічування для тришарових плівок МО і VSM-методами показує сильну залежність коерцитивності від товщини верхнього шару.

## **РОЗІЛ 2.СУЧАСНІ СЕНСОРНІ СИСТЕМИ ДЛЯ ВИМІРЮВАННЯ ТОВЩИНИ ПЛІВКОВИХ МАТЕРІАЛІВ**

Інформація є відображенням сутності матеріального світу, відображенням властивостей фізичних об'єктів у вигляді фізичних величин. Кількісна інформація про властивості фізичних об'єктів (інформація про число визначення фізичних величин), отримана внаслідок вимірювань, носить назву вимірювальної інформації.

Матеріальним носієм вимірювальної інформації є вимірювальний сигнал. Вхідний вимірювальний сигнал, тобто сигнал, що подається на вхід засобу вимірювання (перетворювач, прилад або систему), є найчастіше фізичним процесом, параметри якого - та або інша функція часу. Величина, що вимірюється, є певною властивістю або певним параметром цього процесу. Тому розрізняють поняття вимірювального сигналу і величини, що вимірюється. Фізичний процес може мати багато параметрів, але в кожному конкретному випадку нас цікавлять певний параметр цього процесу, якась одна фізична величина. Активні величини (струм, напруга, температура тощо) самі є параметрами вимірювальних сигналів, а при вимірюванні пасивних величин (опір, ємність, індуктивність тощо) вимірювальний сигнал утвориться шляхом дії на об'єкт активної величини. Тоді один із параметрів цього сигналу містить інформацію про розмір величини, що вимірюється.

Інформативним параметром називають параметр вхідного сигналу, який є величиною, що вимірюється або функціонально пов'язаний з нею.

Неінформативним називають параметр вхідного сигналу, який функціонально не пов'язаний з величиною, що вимірюється. Такий параметр може впливати на засіб вимірювання і бути джерелом похибок.

Розглянемо приклади сучасних сенсорних систем, які використовують для визначення товщини тонких плівок.

Вимірювання товщини плівки під час процесу вакуумного напилення може бути виконано з високою точністю і акуратністю за допомогою кварцових мікровагів (кварцових резонаторів). За ідеальних умов можливо добитися точності вимірювання тонких плівок ангстремного рівня. На практиці, однак, це рідко відбувається. Для високоточного вимірювання використовують спеціально розроблені кварцові резонатори серії RC™ [8].

Монітор (або контролер) для вимірювання товщини тонких плівок вимірює зміну резонансної частоти осцилюючого кварцового кристала під час осадження на кристалі атомів речовини. Якщо густина матеріалу відома, то товщина плівки розраховується і виводиться на екран в режимі реального часу. Монітор для вимірювання товщини тонких плівок проводить розрахунки, виходячи з припущення, що зміна резонансної частоти відбувається тільки через зміни маси речовини, що осідає на кварцовому кристалі. Однак, кварцовий кристал може змінювати свою резонансну частоту, коли він піддається термічній або механічній дії.

У типовому процесі вакуумного напилення тонких плівок обидва цих процеси мають місце: кварцові мікроваги піддаються нагріванню від джерел тепла, при конденсації атомів на поверхні кварцового кристала в плівці утворюються механічні напруги, під час магнетронного або дугового напилення високоенергетичні іони або атоми також впливають на кристал. Часто всі ці фактори впливають одночасно. При отриманні надтонких плівок в діапазоні від 10 до 100 ангстрем спільний вплив цих факторів призводить до похибки вимірювання товщини плівки на величину 100% і більше. В результаті, процес вакуумного напилення стає фактично неконтрольованим.

З метою зменшити вплив вищеописаних факторів була розроблена і запатентована нова серія кварцових мікровагів (кварцових резонаторів), які менш чутливі до термічного впливу і напруги, що утворюється у плівці. Дані кристали не показують пік в швидкості напилення при відкритті заслінки джерела напилення. Далі, шум, що утворюється при впливі високоенергетичних атомів і іонів значно менше. Все це є великою перевагою при вимірюванні

товщини тонких плівок, особливо при прицевійному напиленні оптичних плівок в елементах OLED.

Наступним прикладом сенсорної системи є прилад Filmetrics F50, він використовується для вимірювань розподілу товщини і показника заломлення діелектричних, напівпровідникових і металевих тонких плівок.



Рисунок 2.1 - FILMETRICS F50 прилад для вимірювання товщини тонких плівок [9]

Система F50 дозволяє визначити характеристики тонких плівок за допомогою вимірювання світла, відбитого від тонкої плівки в діапазоні довжини хвилі, а потім аналізуючи ці дані шляхом їх порівняння з розрахунковими спектрами відбиття. Отримання даних йде зі швидкістю 2 точки в секунду.

Моторизований столик з полярної системою координат дозволяє використовувати як стандартні, так і призначені для користувача підкладкотримачи розміром до 450 мм в діаметрі. Моделі з більш короткими довжинами хвиль випромінювання призначені для вимірювання більш тонких плівок. При збільшенні довжин хвиль випромінювання з'являється можливість вивчення більш товстих, шорсткуватих і непрозорих.

Ще одним прикладом є система FSM 413-200 для вимірювання товщини пластин [10].

Безконтактне вимірювання товщини надтонких пластин, виготовлених методом шліфування або хімічного травлення. Вимірює структуровані пластини з контактними виводами, встановлені на стрічки або наклеєні на носії, для мікроелектромеханічних пристроїв з багаторушним розміщенням кристалів.

Технологія Echoprobe™ забезпечує пряме і точне вимірювання товщини надтонких (<100 мкм) пластин або витонченої підкладки, а також картографування товщини.

Система вимірювання товщини тонких плівок Thin Film [11] базується на вимірюванні параметрів інтерференції світла для визначення оптичних параметрів товщини шару. Паттерн інтерференції світла за допомогою математичної функції перетворюється в товщину плівки. У разі одношарових систем товщина шару (плівки) може бути вирахована, якщо відомі оптичні характеристики матеріалу плівки і підкладки.

Система вимірювання товщини тонких плівок AvaSpecThinFilm часто використовується в технологіях травлення, у випадках, коли необхідний контроль і вимірювання процесів травлення плазмою і конденсації шару.

### **РОЗДІЛ 3. ГРАДУЮВАННЯ СЕНСОРА ТОВЩИНИ НА ОСНОВІ КВАРЦОВОГО РЕЗОНАТОРА**

Метою градуювання будь-якого сенсора, як метрологічної операції, є експериментальне встановлення однозначної відповідності з необхідною точністю між вихідним сигналом та вхідною характеристикою. Результат градуювання може бути представлений графічною залежністю або у вигляді таблиці. Вигляд представлення градуювальної характеристики обирається в залежності від зручності використання. Наприклад, графічні залежності добре сприймаються візуально. Дуже добре, якщо такі залежності можуть бути описані математичною формулою. В такому випадку математичну залежність можна використати при програмуванні вимірювального перетворювача [12] на основі мікроконтролерів або комп'ютера. Градуювальні таблиці можна використовувати при програмуванні комп'ютеризованих або автоматизованих (виготовлених на основі мікропроцесорів або контролерів) сенсорних систем.

Із розглянутих нами методів вимірювання товщини тонких плівок можна зробити висновок, що сенсорні системи на основі кварцового резонатора є зручними для використання в процесі осадження. Особливо це є актуальним при одержанні багат шарових плівкових систем, товщина окремих шарів яких складає декілька нанометрів, а кількість шарів – десятки, або сотні. Ще одною перевагою є можливість використання вказаних сенсорних систем як елементу автоматизованих систем осадження. Вихідний сигнал з сенсора є тригерним для початку та завершення процесу розпилення.

З іншого боку, метод вимірювання товщини плівок на основі кварцового резонатора має суттєві недоліки. По-перше, в переважній більшості кварцових резонаторів, окрім спеціалізованих, спостерігається істотний температурний дрейф резонансної частоти – десятки герц в інтервалі 25 – 40 °C [13]. При термічному, електронно-променевому або магнетронному розпиленні матеріалу у вакуумі, внаслідок випромінювання резонатор може нагріватися на десятки градусів (залежить від методу і часу розпилення). По-друге, в співвідношення,

яке пов'язує товщину плівки і зміну частоти резонатора, входе густина матеріалу, що осаджується. Для масивного матеріалу густина в нормальних умовах є сталою величиною, а у тонких плівках спостерігається розмірна залежність густини [14]. Тобто, точність вимірювання буде залежати від інтервалу товщин і в деяких випадках для надтонких (1 – 10 нм) або острівцевих плівок похибка вимірювання може складати близько 100%.

Ці недоліки намагаються виправити або врахувати при конструюванні сенсорних систем. Наприклад, одним з методів зменшення температурного дрейфу є використання водяного охолодження кварцового резонатора [15]. На цьому конструктивно реалізовано роботу кварцового вимірювача товщини КИТ [16]. Прилад призначений для керування процесом осадження до трьох плівкових структур (до десяти шарів кожна) у вакуумі. Можливо запрограмувати прилад на десять різних матеріалів. Також виготовляють спеціальні тримачі з охолодженням для кварцових сенсорів [17].

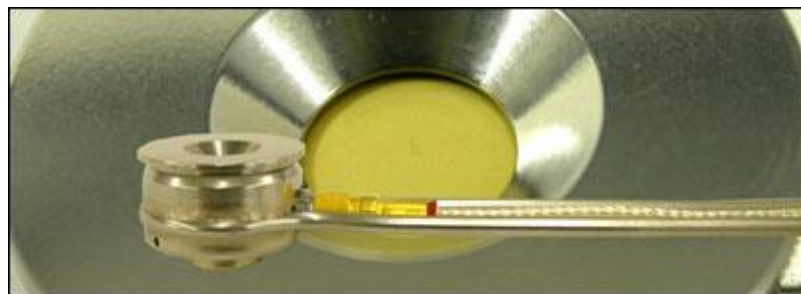


Рисунок 3.1 – Тримач кварцового резонатора з водяним охолодженням [17]

Іншим методом компенсації температурного дрейфу частоти є використання еталонного резонатора в електронних схемах вимірювання сигналу [12, 13], або програмного введення поправки при використанні комп'ютеризованих сенсорних систем [15].

В лабораторіях кафедри електроніки, загальної та прикладної фізики є можливість вимірювати товщину тонких плівок методом кварцового резонатора в процесі конденсації, або за допомогою інтерферометра Лінника МП-4 по свідкам товщини після завершення процесу осадження.



Кварцовий резонатор розташовують поруч з підкладкою в одній з нею площині по відношенню до випарника. Осадження плівки відбувається одночасно на підкладку та сенсор товщини. Зміну частоти коливань кварцового резонатора в процесі конденсації вимірюють електронними програмованими частотомірами. Є можливість включати таку сенсорну систему в автоматизований процес осадження.

Для вимірювання товщини інтерферометричним методом використовують свідки у вигляді скляних пластинок з попередньо напиленим світловідбиваючим шаром алюмінію або непрозорі пластинки ситалу. Аналогічно до попереднього методу, свідки розташовують поруч з підкладкою і осадження плівки відбувається одночасно на свідок і підкладку. Але товщину плівки можна виміряти по свідку лише після закінчення процесу конденсації та розгерметизації вакуумної установки. Тобто, в процесі конденсації точного контролю товщини не відбувається. Контроль можна здійснювати лише приблизно за часом та швидкістю конденсації, яка визначається заздалегідь. З іншого боку, похибка вимірювання товщини інтерферометром, за умови повного відбиття світла від поверхні свідка, незначна і складає 5%. При цьому на точність вимірювання не впливає ні температура, ні розмірна залежність густини плівки.

Градуювання сенсора товщини на основі кварцового резонатора дозволяє позбавитись недоліків методу при цьому використовувати основну перевагу – контроль товщини плівки в процесі конденсації. Методика градуювання полягає в наступному. Проводять одночасну конденсацію на кварцовий резонатор та свідок товщини. При цьому визначають кінцеву зміну частоти  $\Delta f$  резонатора і відповідну їй товщину, визначену за допомогою інтерферометра після завершення процесу осадження. Таку операцію проводять у діапазоні товщин від 10 до 100 нм. При цьому процедура градуювання здійснюється для конкретного матеріалу і методу розпилення.

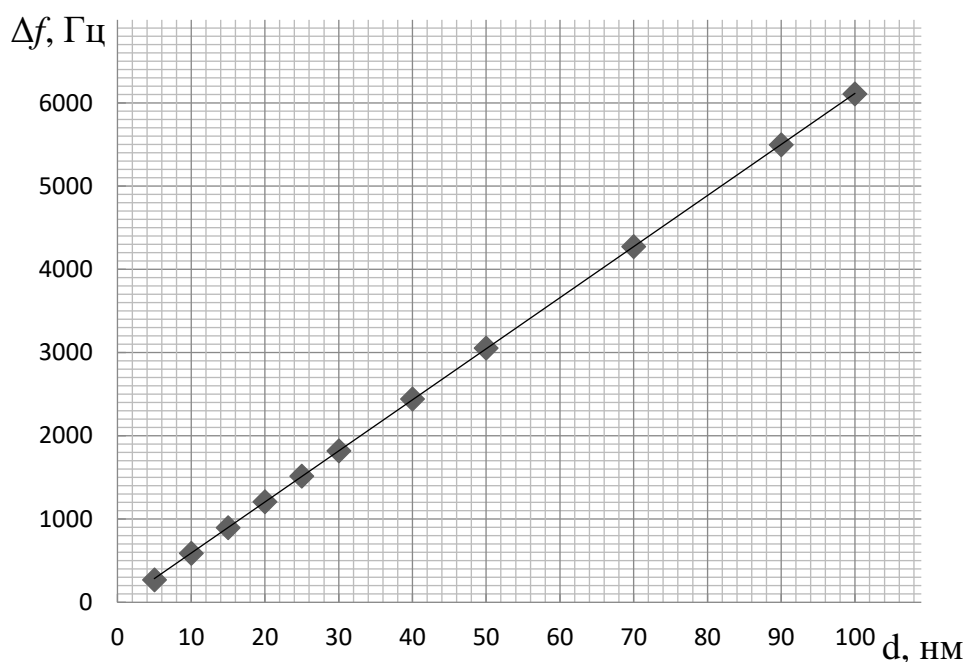


Рисунок 3.2 – Залежність зміни частоти кварцового резонатора від товщини плівки Al

Для прикладу на рис.3.2 наведено градувальну залежність зміни частоти кварцового резонатора номіналом 10 МГц від товщини плівки алюмінію, одержаного термічним випаровуванням з вольфрамового дроту. Як видно з рисунку, залежність близька до лінійної. Спостерігається незначне відхилення в інтервалі товщин 5 – 15 нм. Такий вигляд залежності можна пояснити відсутністю температурного дрейфу частоти, оскільки за незначний час розпилення (1 – 20 с), чим характеризується вказаний метод, сенсор не встигає істотно нагрітися. Плівка алюмінію є суцільною у вказаному діапазоні товщин з густиною близькою до густини масивного матеріалу.

## ВИСНОВКИ

1. У ході виконання кваліфікаційної роботи бакалавра були розглянуті питання стосовно методів вимірювання товщини тонких плівок. Показано, що для вимірювання товщини тонких плівок використовують наступні методи: мікрозважування, метод кварцового резонатора, інтерферометричні методи та лазерний рефлектометричний метод. Кожний з цих методів має свої переваги та недоліки.

2. Приведено приклади сучасних сенсорних систем вимірювання товщини. Робота систем Filmetrics F50, FSM 413-200 базується на інтерферометричному методі. А сучасні сенсорні системи, які працюють на методі кварцового резонатора, використовують резонатори серії RC™, призначені саме для цієї мети.

3. Приведена методика градуювання сенсорних систем на основі кварцового резонатора за прямими вимірюваннями товщини інтерферометричним методом. Показано, що для плівок алюмінію, одержаних термовакuumним методом, залежність є лінійною в інтервалі товщин 5 - 100 нм.

## СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Калинушкін Є.П., Федоркова Н.М., Синицына Ю.П. та ін. Тонкоплівкові матеріали та технології їх одержання: Навч. посібник. – Дніпропетровськ: НМетАУ, 2009. – 175 с.
2. Проценко І.Ю., Саєнко В.А. Тонкі металеві плівки (технологія та властивості): Навчальний посібник. - Суми: Вид-во СумДУ, 2002.
3. Физика тонких пленок. Под общей редакцией Г. Хасса и Р.Э. Туна Том 3 перевод с английского. - издательство «Мир» Москва, 1968 - 330 с.
4. Проценко І. Ю. Технологія одержання та фізичні властивості плівкових матеріалів та основи мікроелектроніки (практикуми) / І. Ю. Проценко, Л.В.Однорець. – Суми: Сумський державний університет, 2011. - 231с.
5. <https://cyberleninka.ru/article/n/lazernyy-reflektometricheskiy-metod-izmereniya-tolschiny-i-opticheskikh-harakteristik-tonkih-plenok-v-protsesse-ih-rosta/viewer> - лазерний рефлектOMETричний метод вимірювання товщини та оптичних характеристик тонких плівок в процесі їх росту
6. Х. Хашим, С.П. Сингх, Л.В. Панина и др. Применение метода спектральной эллипсометрии для характеристики наноразмерных пленок с ферромагнитными слоями // ФТТ. – 2017. – Т. 59, №11. – С. 2191 – 2195.
7. Толмачев В. А. Определение толщины толстых прозрачных пленок с помощью метода многоугловой эллипсометрии // Оптический журнал. – 2002. – Т. 69, № 1. – С. 73.
8. <http://www.actan.ru/evrperstrc.html> - Кварцевые резонаторы серии RCTM
9. <http://equip.eltech.com/1918-pribor-dlya-izmereniya-tolshchiny-tonkih-plenok/> - прилад для вимірювання товщини тонких плівок FILMETRICS F50
10. [http://www.actan.ru/e\\_fsm413.html](http://www.actan.ru/e_fsm413.html) - актан вакуум
11. <https://www.avantes.com/item/1098-thin-film> - avantes

12. Мікроелектронні сенсори фізичних величин: Науково-навчальне видання. В 3 томах. Том 1/ За ред. З.Ю. Готри. – Львів: Ліга-Прес, 2002. – 475с.
13. Л.В. Коломиец, В.В. Ковальчук, О.В. Грабовський, Л.Н. Жеребцова Измерение толщины кластерного слоя методом кварцевого резонатора / Техніка в сільськогосподарському виробництві, галузеве машинобудування, автоматизація, 2010, випуск 23. С. 17-22.
14. Проценко І.Ю., Саєнко В.А. Тонкі металеві плівки (технологія та властивості): Навчальний посібник / Суми: Вид-во СумДУ, 2002. – 187 с.
15. Экспериментальные методы физики твердого тела: учебное пособие Д.В. Фомин. – Изд. 2-е, стер. – Москва; Берлин : Директ-Медиа, 2019. – 186 с.
16. <https://amtorg.com.ru/izmeritel-kit> измерители КИТ
17. [http://www.actan.ru/e\\_qmts\\_gb.html](http://www.actan.ru/e_qmts_gb.html) - актан вакуум e qmts